



中华人民共和国国家标准

GB/T 17767.2—2010
代替 GB/T 17767.2—1999

有机-无机复混肥料的测定方法 第2部分：总磷含量

Determination of organic-inorganic compound fertilizers—
Part 2: Total phosphorus content

2010-06-30 发布

2011-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
有机-无机复混肥料的测定方法
第 2 部分:总磷含量
GB/T 17767.2—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 8 月第一版 2010 年 8 月第一次印刷

*

书号:155066·1-40260 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

GB/T 17767《有机-无机复混肥料的测定方法》分为三个部分：

- 第1部分：总氮含量；
- 第2部分：总磷含量；
- 第3部分：总钾含量。

本部分是 GB/T 17767 的第2部分。

本部分参照日本肥料分析法(1982)、美国公职分析家协会分析方法手册(AOAC)(1984)和原苏联国家标准 GOCT 26717:1985 以及 ISO 6598:1984 制定。

本部分代替 GB/T 17767.2—1999《有机-无机复混肥料中总磷含量的测定》。

本版与前版的主要差异是：在标准的编排格式上进行了改写。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会(SAC/TC 105)归口。

本部分起草单位：国家化肥质量监督检验中心(上海)。

本部分主要起草人：范宾、金昊坤。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 17767.2—1999。

有机-无机复混肥料的测定方法

第2部分：总磷含量

1 范围

GB/T 17767 的本部分规定了有机-无机复混肥料总磷含量的测定方法。

本部分适用于各种有机肥料与化学肥料组成的有机-无机复混肥料,也适用于各种固体有机肥料的总磷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 17767 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

HG/T 2843 化肥产品 化学分析中常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 试剂和材料

警告——试剂中的过氧化氢、硝酸、高氯酸具有腐蚀性和氧化性,硫酸及其溶液、硝酸溶液和氨水溶液具有腐蚀性,相关操作应在通风橱内进行。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

本部分中所用试剂、溶液和水,在未注明规格和配制方法时,应符合 HG/T 2843 的规定。

- 3.1 硫酸;
- 3.2 硝酸;
- 3.3 高氯酸;
- 3.4 过氧化氢;
- 3.5 五氧化二磷标准溶液,1 mL 溶液含有 1 mg P_2O_5 ,使用时稀释;
- 3.6 钼钒酸铵试剂

溶液 A:将 1.12 g 偏钒酸铵(NH_4VO_3)溶于 200 mL~300 mL 水中,加入 250 mL 硝酸;

溶液 B:将 27 g 钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ 溶于少量水中;

然后边搅拌溶液 A,边慢慢加入溶液 B,用水稀释至 1 L,混匀,贮藏在棕色瓶中。在保存过程中有沉淀生成时,不能再使用。

- 3.7 喹钼柠酮试剂;
- 3.8 酚酞指示剂:10 g/L;
- 3.9 氨水溶液:1+1;
- 3.10 硫酸溶液:3+97;
- 3.11 硝酸溶液:1+1;
- 3.12 广泛 pH 试纸。

4 仪器、设备

- 4.1 通常实验室用仪器;

- 4.2 电热板;
- 4.3 干燥箱:能控制 $(180\pm 2)^{\circ}\text{C}$;
- 4.4 1 500 W 电炉;
- 4.5 玻璃坩埚式滤器:4 号,容积 30 mL;
- 4.6 分光光度计:带有 1 cm 光路长度的吸收池。

5 试样溶液的制备

做两份试料的平行测定。

5.1 实验室样品制备

按 GB/T 8571 规定制备实验室样品。试样制备时样品研磨至通过 1 mm 试验筛,若样品很难粉碎,可研磨至通过 2 mm 试验筛。选择 5.2 或 5.3 方法之一制备试液。

5.2 硝酸-高氯酸消煮法

总磷含量 $\leq 5\%$ 的试样(用钼黄分光光度法测定),称取 1 g;总磷含量 $> 5\%$ 的试样(用磷钼酸喹啉重量法测定),称取含有 100 mg~200 mg 五氧化二磷的试样,称准至 0.000 2 g。将试样置于 250 mL 高型烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2),小心摇匀,在通风橱内用电热板加热至近干涸,稍冷后加入 10 mL 高氯酸,盖上表面皿,缓慢加热至冒高氯酸的白烟,继续加热直至溶液呈无色或浅色清液(注意不能蒸干!)。稍冷,加入 50 mL 水,在电热板上微微煮沸 1 min~2 min。冷却至室温,定量转移至 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初 50 mL 滤液。

5.3 硫酸-过氧化氢消煮法

试料称量同 5.2。将试料置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫酸(3.1)和 3 mL 过氧化氢,小心摇匀,静放 12 h~15 h。然后再加入 3 mL~5 mL 过氧化氢,插上梨形漏斗,在通风橱内用 1 500 W 电炉缓慢加热至沸腾,继续加热保持 30 min,取下;若溶液未澄清,稍冷后分次再加入 3 mL 过氧化氢,并分次消煮,直至溶液呈无色或浅色清液,继续加热 10 min,冷却至室温。将消煮液移入 250 mL 量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初 50 mL 滤液。

6 总磷含量测定

总磷含量 $\leq 5\%$,用钼黄分光光度法测定;总磷含量 $> 5\%$,用磷钼酸喹啉重量法测定。

6.1 钒钼酸铵(钼黄)分光光度法

6.1.1 方法原理

在一定硝酸酸度下,正磷酸根与钼酸铵及偏钒酸铵作用,生成黄色的配合物 $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot \text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 16\text{MoO}_3$ (钼黄),在波长 450 nm 处,用 1 cm 吸收池进行分光光度法测定。

6.1.2 标准曲线绘制

将五氧化二磷标准溶液(3.5)稀释后,吸取 1 mL 含 0.1 mg P_2O_5 标准溶液 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL,相当于 0~2 500 μg ,置于 50 mL 量瓶中,稀释至约 35 mL,加入 10 mL 钒钼酸铵试剂,用水稀释至刻度,混匀,静置 30 min 后,在波长 450 nm 处,用 1 cm 吸收池,以五氧化二磷含量为零的溶液作为参比溶液,用分光光度计测定标准比色溶液的吸光度。

以 50 mL 标准比色溶液中所含五氧化二磷的质量(以 μg 表示)为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,作标准曲线图或用最小二乘法求出标准曲线的斜率。

6.1.3 测定

根据试液的制备方法,按 6.1.3.1 或 6.1.3.2 方法之一进行测定。

6.1.3.1 吸取由 5.2 制得的试液若干毫升(五氧化二磷微克数在标准曲线范围内),置于 50 mL 量瓶内,直接按 6.1.2 规定步骤,从“稀释至约 35 mL”开始,至“静置 30 min 后”止,进行显色反应并测定试液的吸光度。

6.1.3.2 吸取由 5.3 制得的试液若干毫升(五氧化二磷微克数在标准曲线范围内),置于 50 mL 量瓶内,加入 1~2 滴酚酞指示液,用氨水溶液(3.9)和硫酸溶液(3.10)中和至无色,量瓶内放入一小片广泛 pH 试纸,用硫酸溶液继续中和至 pH 试纸为黄色为止。以下操作按 6.1.2 规定步骤,从“稀释至约 35 mL”开始,至“静置 30 min 后”止,进行显色反应并测定试液的吸光度。

6.1.4 空白试验

除不加试料外,须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行操作。

6.1.5 分析结果的表述

从标准曲线(6.1.2)上查出试液吸光度对应的五氧化二磷质量(μg)或用标准曲线斜率计算出试液吸光度对应的五氧化二磷质量(μg)。

总磷含量 w_1 以五氧化二磷(P_2O_5)质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times (V_1/250) \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从标准曲线上查得或由标准曲线斜率求得的五氧化二磷质量的数值,单位为微克(μg);

m_2 ——空白试验时,从标准曲线查得或由标准曲线斜率求得的五氧化二磷质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

250——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.1.6 允许差

平行测定和不同实验室测定结果的绝对差值应符合表 1 的要求。

表 1

总磷含量(P_2O_5)/%	平行测定允许差/%	不同试验室测定允许差/%
≤ 1.0	0.05	0.1
$> 1.0 \sim 2.0$	0.1	0.2
$> 2.0 \sim 5.0$	0.2	0.4

6.2 磷钼酸喹啉重量法

6.2.1 方法原理

含磷溶液中的正磷酸根离子,在酸性介质中与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀 $[(\text{C}_9\text{H}_7\text{NH})_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$,过滤、洗涤、干燥和称量所得沉淀,计算磷含量。

6.2.2 测定

吸取由 5.2 或 5.3 制得的试液 25 mL(五氧化二磷质量在 10 mg~20 mg),置于 500 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液(3.11),用水稀释至 100 mL,加热至沸,沿杯壁加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1 min,或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温。

用预先在 $180\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱内干燥至恒量的玻璃坩埚式滤器过滤,先将上层清液滤完,然后倾泻洗涤 1~2 次,每次约用 25 mL 水,将沉淀移入滤器中,再用水洗涤,所用水共 125 mL~150 mL,将沉淀连同滤器置于 $180\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱内,待温度达到 $180\text{ }^\circ\text{C}$ 后干燥 45 min,移入干燥器内,冷却至室温,称量。

6.2.3 空白试验

除不加试料外,须与试样测定采用完全相同的试剂、用量和分析步骤,进行平行操作。

6.2.4 分析结果的表述

总磷含量 w_2 以五氧化二磷(P_2O_5)质量分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_4) \times 0.032\ 07}{m_5 \times (V_2/250)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_3 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——空白试验时,所得的磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉质量换算为五氧化二磷质量的系数;

m_5 ——试料质量的数值,单位为克(g);

V_2 ——吸取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

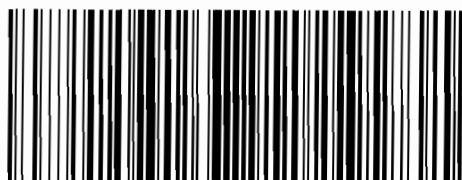
250——试样溶液总体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6.2.5 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于 0.20 %;

不同实验室测定结果的绝对差值不大于 0.30 %。



GB/T 17767.2-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40260

定价: 14.00 元